



#4

684.3218

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:)	
AKIRA TSUBOYAMA, ET AL.)	Examiner: Not Yet Assigned
Application No.: 09/904,505)	Group Art Unit: 1756
Filed: July 16, 2001)	
For: LUMINESCENCE DEVICE)	October 19, 2001

Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

CLAIM TO PRIORITY

Sir:


Applicants hereby claim priority under the International Convention and all rights to which they are entitled under 35 U.S.C. § 119 based upon the following Japanese Priority Application:

No. 2000-218321 filed July 19, 2000.

A certified copy of the priority document is enclosed.

Applicants' undersigned attorney may be reached in our New York office by telephone at (212) 218-2100. All correspondence should continue to be directed to our address given below.

Respectfully submitted,


Attorney for Applicants

Registration No. 31865

FITZPATRICK, CELLA, HARPER & SCINTO
30 Rockefeller Plaza
New York, New York 10112-3801
Facsimile: (212) 218-2200



CFE 3218 US (1/1)

218321 / 2000

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年 7月19日

出願番号

Application Number:

特願2000-218321

出願人

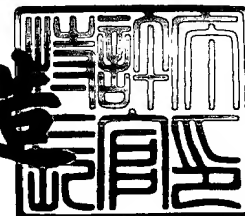
Applicant(s):

キヤノン株式会社

2001年 8月10日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3071429

【書類名】 特許願

【整理番号】 4257004

【提出日】 平成12年 7月19日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G09F 9/30

【発明の名称】 発光素子

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 坪山 明

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 岡田 伸二郎

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 滝口 隆雄

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 森山 孝志

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社
社内

【氏名】 鎌谷 淳

【特許出願人】

【識別番号】 000001007

【氏名又は名称】 キヤノン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100096828

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡辺 敬介

【電話番号】 03-3501-2138

【選任した代理人】

【識別番号】 100059410

【弁理士】

【氏名又は名称】 豊田 善雄

【電話番号】 03-3501-2138

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 004938

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703710

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 発光素子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一对の電極間に少なくとも一層の有機化合物層を有し、該有機化合物層を構成する有機化合物が、液晶化合物とりん光発光性化合物とを接して配置してなることを特徴とする発光素子。

【請求項 2】 上記有機化合物層が、液晶化合物とりん光発光性化合物との混合物で形成されている請求項 1 に記載の発光素子。

【請求項 3】 上記液晶化合物がスメクチック相を示す請求項 1 または 2 に記載の発光素子。

【請求項 4】 上記液晶化合物がディスコチック相を示す請求項 1 または 2 に記載の発光素子。

【請求項 5】 上記りん光発光性化合物が平面分子骨格を有する請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の発光素子。

【請求項 6】 上記液晶化合物がりん光発光性を有する請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は表示装置や照明装置等に用いられる発光素子に関し、特に液晶化合物の自己配列性による高い電気導電性を利用した発光素子に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

発光素子の一つである有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、「有機 EL 素子」と記す）は、高速応答性や高効率の発光素子として、応用研究が精力的に行われている。図 1、図 2 に基本的な有機 EL 素子の構成例を断面模式図で示す。図中、1 は透明基板、2 は透明電極、3 は金属電極、4 は有機層、5 は発光層、6 はホール輸送層、7 は電子輸送層である。有機 EL 素子の基本的な構成については、例えば、Macromol. Symp. 125, 1-48 (1977)

に開示されている。

【 0 0 0 3 】

図 1、図 2 に示されるように、一般に有機 EL 素子は透明電極 2 と金属電極 3 との間に複数層の有機膜からなる有機層 4 を挟持した積層体を透明基板 1 上に形成してなる。

【 0 0 0 4 】

図 1 の構成では、有機層 4 が発光層 5 とホール輸送層 6 からなる。透明電極 2 としては、仕事関数が大きな ITO（インジウム・チン・オキサイド）などが用いられ、透明電極 2 からホール輸送層 6 への良好なホール注入特性を持たせている。金属電極 3 としては、アルミニウム、マグネシウム或いはこれらの合金などの仕事関数の小さな金属材料を用い、有機層 4 への良好な電子注入性を持たせる。これら電極 2、3 は膜厚が 50 ～ 200 nm に形成される。

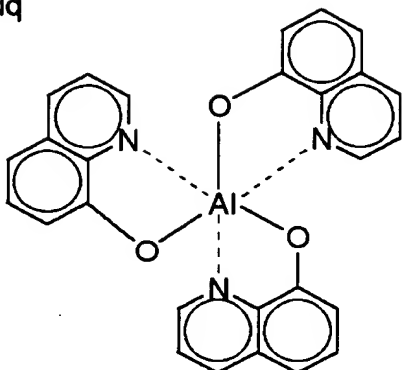
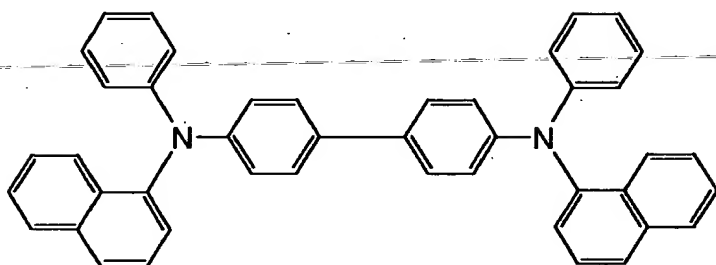
【 0 0 0 5 】

また、発光層 5 には、電子輸送能と発光特性を有するアルミキノリノール錯体誘導体（代表例は、下記に示す構造を有する Alq）が用いられる。また、ホール輸送層 6 には、例えばトリフェニルジアミン誘導体（代表例は、下記に示す構造を有する α -NPD）など電子供与性を有する材料が用いられる。

【 0 0 0 6 】

【化 1】

Alq

 α -NPD

【0 0 0 7】

図 1 の有機 EL 素子は整流性を示し、金属電極 3 を陰極に、透明電極 2 を陽極になるように電界を印加すると、金属電極 3 から電子が発光層 5 に注入され、透明電極 2 からはホール（正孔）が注入される。注入されたホールと電子は発光層 5 内で再結合により励起子が生じ、発光する。この時、ホール輸送層 6 は電子のブロッキング層の役割を果たし、発光層 5 / ホール輸送層 6 界面の再結合効率が上がり、発光効率が上がる。

【0 0 0 8】

さらに、図 2 の構成の有機 EL 素子では、図 1 の金属電極 3 と発光層 5 との間に、電子輸送層 7 が設けられ、発光と電子・ホール輸送とを分離して、より効果的なキャリアブロッキング構成にすることで、効率的な発光を行うことができる。電子輸送層 7 としては、例えば、オキサジアゾール誘導体などを用いることができる。

【0 0 0 9】

上記図 1、図 2 に示した構成の有機 EL 素子では、有機層 4 は 2 層或いは 3 層

の有機膜からなり、その膜厚総計は50～500nm前後である。

【0010】

上記したような有機EL素子においては、電子或いはホール電極からの注入性能が発光輝度の優劣を左右する問題である。上記したAlqや α -NPDなどのアモルファス材料を用いた場合、電極-有機膜界面の問題から、必ずしも十分なキャリア注入特性を有していないと考えられている。

【0011】

また、最近の有機EL素子の開発過程の中で、発光として一重項励起子を経由した蛍光発光を利用するのではなく、三重項励起子を経由したりん光発光を利用する素子の検討がなされている。例えば、以下の文献が挙げられる。

(1) Improved energy transfer in electrophosphorescent device (D. F. O'Brienら、Applied Physics Letters Vol. 74, No. 3, p. 422 (1999))

(2) Very high-efficiency green organic light-emitting devices based on electrophosphorescence (M. A. Baldoら、Applied Physics Letters Vol. 75, No. 1, p. 4 (1999))

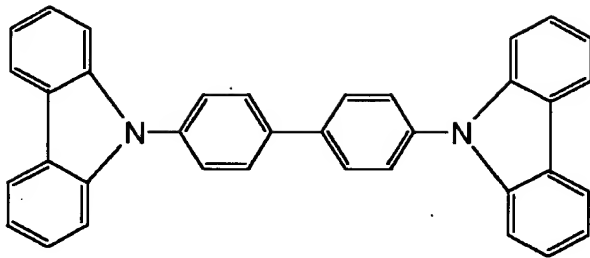
【0012】

これらの文献の中には、図3に示す4層構成の有機層4が主に用いられている。この有機層4は、陽極側からホール輸送層6、発光層5、励起子拡散防止層9、電子輸送層7からなる。当該有機層4に用いられる材料としては、先に示したAlqや α -NPDの他に、下記に示す構造を有するCBP (4, 4'-N, N'-ジカルバゾルービフェニル) やBCP (2, 9-ジメチル-4, 7'-ジフェニル-1, 10-フェナントロリン) 等のキャリア輸送材料、PtOEP (白金-オクタエチルポルフィリン錯体) やIr(ppy)₃ (イリジウム-フェニルピリミジン錯体) 等のりん光発光性化合物が挙げられる。

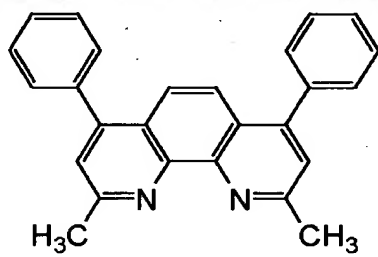
【0013】

【化 2】

CBP

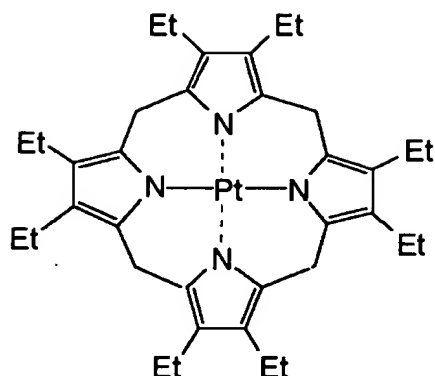
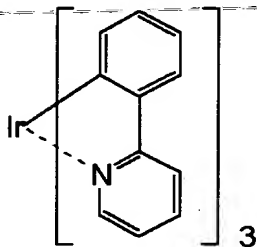


BCP



【化 3】

PtOEP

Ir(ppy)₃

【0014】

先の文献に記載されたEL素子において、高効率が得られる構成は、ホール輸送層6に α -NPD、電子輸送層7にAlq₃、励起子拡散防止層9にBCP、発光層5にCBPをホスト材料としてりん光発光性化合物であるPtOEPを6mol%またはIr(ppy)₃を6重量%混入して構成したものである。

【0015】

りん光発光性化合物が特に注目されている理由は、原理的に高発光効率が期待できるからである。その理由は、キャリア再結合により生成される励起子は、一重項励起子と三重項励起子からなり、その確率は1:3である。これまでの有機EL素子は、一重項励起子から基底状態に遷移する際の蛍光を発光として取り出していたが、原理的にその発光収率は生成された励起子数に対して25%程度であり、これが原理的上限であった。しかし、三重項から発生する励起子からのりん光を用いれば、原理的に少なくとも3倍の収率が期待され、さらに、エネルギー的に高い一重項から三重項への項間交差による転移を考え合わせれば、原理的

には4倍の100%の発光収率が期待できる。

【0016】

三重項からの発光を要した文献としては、他に以下のような文献が挙げられる。

特開平11-329739号公報（有機EL素子及びその製造方法）

特開平11-256148号公報（発光材料およびこれを用いた有機EL素子）

特開平8-319482号公報（有機エレクトロルミネッセンス素子）

【0017】

【発明が解決しようとする課題】

発光層が、キャリア輸送能を有するホスト材料とりん光発光性のゲスト材料からなる場合、三重項励起子からのりん光発光に至る主な過程は以下ようになる。

- ①発光層内での電子・ホール輸送
- ②ホストの励起子生成
- ③ホスト分子間の励起エネルギー伝達
- ④ホストからゲストへの励起エネルギー移動
- ⑤ゲストの三重項励起子生成
- ⑥りん光発光

【0018】

それぞれの過程におけるエネルギーの転移は、様々なエネルギー転移と失活プロセスとの競争で起こる。例えば、ホストの励起子が生成されたとしても、他のホストへのエネルギー伝達前に無輻射のエネルギー失活によってエネルギーを失う場合がある。また、ホストからゲストへのエネルギー移動の場合も同様で、例えば、ホスト-ゲスト間の励起子会合体（エキサイプレックス）が生成されるとそれが失活経路となり、発光に至らないこともある。従って、りん光発光性の材料の周辺環境を決定するホスト材料の選定が、発光効率向上のポイントとなる。

【0019】

本発明の課題は、上記従来技術に鑑み、より発光効率が高い発光素子を提供することにある。

【 0 0 2 0 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、一対の電極間に少なくとも一層の有機化合物層を有し、該有機化合物層を構成する有機化合物が、液晶化合物とりん光発光性化合物とを接して配置してなることを特徴とする発光素子である。

【 0 0 2 1 】

上記本発明は、上記有機化合物層が、液晶化合物とりん光発光性化合物との混合物で形成されていること、上記液晶化合物がスメクチック相或いはディスコチック相を示すこと、即ち、スメクチック液晶或いはディスコチック液晶であること、上記りん光発光性化合物が平面分子骨格を有すること、上記液晶化合物がりん光発光性を有すること、を好ましい態様として含むものである。

【 0 0 2 2 】

【発明の実施の形態】

本発明は、前記した、ホスト材料とりん光発光性のゲスト材料から構成される発光層において、ホスト材料として液晶化合物を用いることに特徴を有する。本発明で用いる液晶化合物は、電子キャリア輸送能を有し、最近キャリア注入性能及びキャリア輸送能が高い電荷輸送層や発光層としての利用が期待されている材料である。尚、ここで電子性キャリア輸送能とは、ホールや電子などの電子移動能力を意味する。高キャリア輸送能を有する液晶化合物としては、ディスコチック相や高い秩序度を有するスメクチック相を有する液晶化合物が挙げられる。

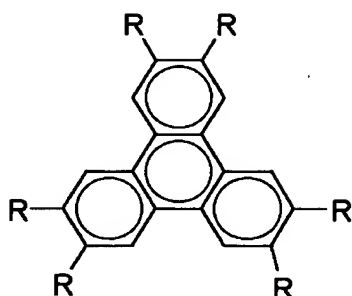
【 0 0 2 3 】

本発明で用いられるディスコチック相を示す液晶、即ちディスコチック液晶としては、下記に示す構造を有するトリフェニレン系の液晶化合物群が挙げられる (Advanced Materials, 1996, 8, No. 10 参照)。

【 0 0 2 4 】

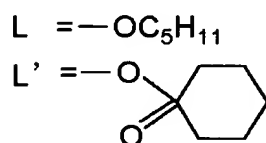
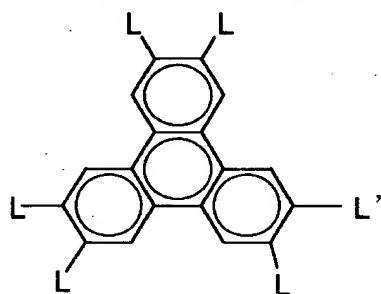
【化 4】

液晶化合物1~5

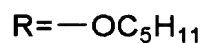
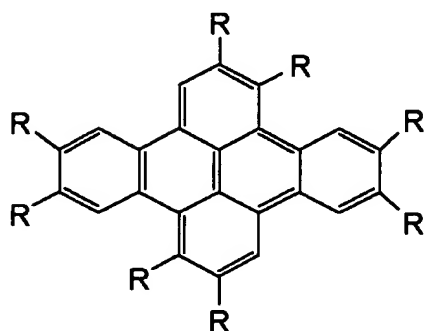


- | | |
|---------|----------------------|
| 液晶化合物 1 | $R = -SC_6H_{13}$ |
| 液晶化合物 2 | $R = -OC_4H_9$ |
| 液晶化合物 3 | $R = -OC_5H_{11}$ |
| 液晶化合物 4 | $R = -OC_6H_{13}$ |
| 液晶化合物 5 | $R = -OC_4H_8C_2F_5$ |

液晶化合物6



液晶化合物7



【0025】

上記液晶化合物1~4の側鎖R-は、 C_4H_9O- や $C_5H_{11}O-$ 、 $C_6H_{13}O-$ のアルコキシ基や、 $C_6H_{13}S-$ のチオエーテル基が高移動度 ($10^{-1} \sim 10^{-3}$ cm/Vs) のホール輸送能を有することが知られている。これらはディスコチ

ック・カラムナー相を示し、ディスク状の液晶分子がカラムを形成し、豊富な π 電子骨格を有するトリフェニレン基が互いに重なり合う形で配向するため、該トリフェニレン基を介して良好なホールまたは電子輸送能が得られる。

【 0 0 2 6 】

上記液晶化合物 5 は本出願人が合成開発したものであり、側鎖をポリフッ素化することで、ディスコチック相の温度範囲が、未置換のものに比べて低温側にシフトすると同時に、イオン化ポテンシャルが低下する。

【 0 0 2 7 】

上記液晶化合物 7 は液晶骨格をジベンゾピレンにした例であり、これもディスコチックカラムナー相を呈する化合物である。

【 0 0 2 8 】

他にもディスコチック液晶の骨格としては、フタロシアニン誘導体、ナフタロシアニン誘導体、トルクセン誘導体、ヘキサベンゾコロネン誘導体、ベンゾキノン誘導体などが挙げられる。

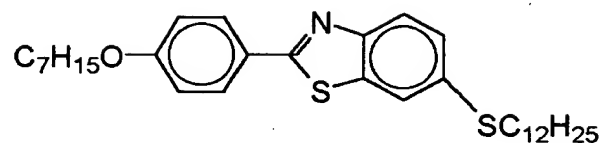
【 0 0 2 9 】

また、本発明に用いられるスメクチック相を示す液晶、即ちスメクチック液晶としては、下記に示す構造を有する液晶化合物群が挙げられる（応用物理、68〔1〕（1999）参照）。

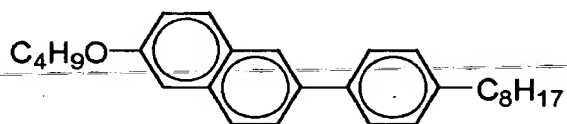
【 0 0 3 0 】

【化 5】

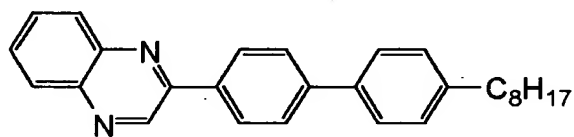
液晶化合物8



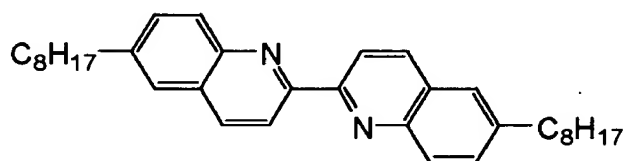
液晶化合物9



液晶化合物10



液晶化合物11



【 0 0 3 1 】

上記に構造を示した、フェニルベンゾチアゾール誘導体である液晶化合物 8（スメクチック A（S m A）相を有する）はホール輸送材料であり、フェニルナフタレン誘導体である液晶化合物 9（S m A 相及び S m E 相を有し、より高秩序度

を有する S m E 相がより高移動度を示す) はホール・電子の両極性輸送材料である。ここに挙げた液晶化合物は $10^{-3} \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 以上の高移動度を示す。

【 0 0 3 2 】

また、上記以外でも、棒状の骨格を有し、スメクチック相を示すものであれば用いることができる。

【 0 0 3 3 】

本発明の発光素子においては、上記液晶化合物とりん光発光性化合物からなる発光層が液晶相を呈する温度範囲において用いることが好ましい。

【 0 0 3 4 】

また、本発明において発光層を構成するゲスト材料としてのりん光発光性化合物としては、具体的には、先に挙げた P t O E P や I r (p p y) ₃ を好ましく用いることができ、特に後述するように、P t O E P の如く平面分子骨格を有する化合物が好ましい。このようなりん光発光性化合物は、本発明に係る液晶化合物と混合して成膜することにより、発光効率の高い E L 素子を構成することができ、有機層の層構成としては、図 1 ～図 4 に例示した構成を好ましくとることができる。

【 0 0 3 5 】

以下に、本発明にかかる液晶化合物の作用について詳細に説明する。

【 0 0 3 6 】

一般的に有機 E L 素子に用いられているアモルファス材料は電極－有機膜界面のキャリア注入律速的な電流が流れる。それに対比して、電極に接して液晶化合物からなるキャリア注入層を形成した場合、キャリア注入律速的な現象が緩和され、バルク特性を反映したバルク律速的な電流が流れる。これは、アモルファス材料は、一般的には立体構造をしており、キャリア注入を司る π 電子共役構造が、電極面に平行に配置することができないのに対し、液晶化合物は π 電子共役構造面が平面構造或いは平面構造に近い構造を有し、それが電極面に平行に配向して、電極との相互作用が高まり、キャリア注入を促進するものと考えられる。

【 0 0 3 7 】

従って、液晶化合物をキャリア輸送層に用いる場合、材料が本来有するバルク

性能をそのまま反映したキャリア輸送特性を引き出せるため、既存のアモルファス材料をしのぐ能力を有すると考えられる。

【 0 0 3 8 】

例えば、図 4 に、液晶化合物を用いてキャリア注入性を改善した E L 素子の構成例を示す。本構成は、本発明者等が提案したもので、例えば、ホール注入層 8 を前記したトリフェニレン系液晶化合物を用いて構成すると、該ホール注入層 8 がない場合に比べて透明電極 2 から有機層 4 へのホール注入性が改善され、同一電圧を印加した場合でも、電流密度及び発光輝度が向上する。

【 0 0 3 9 】

キャリア輸送能を備えた液晶化合物の特徴をまとめると、

- 〔1〕 バルクの自己配列による高キャリア移動度
- 〔2〕 電極界面への π 電子共役面の配向による高キャリア注入性が挙げられ、これまでにない性能を有している。

【 0 0 4 0 】

本発明は、上記のような液晶化合物を発光層のホスト材料として用いたことに特徴を有するが、前記したりん光発光過程①～⑥において、ホスト材料に液晶化合物を用いた場合のエネルギー伝達過程の研究はこれまでにない。本発明者等は、アモルファス状態を形成する材料より、液晶の配向状態を呈する材料を用いた場合の方が、効率的な発光効率が見出され、本発明を達成したのである。本発明において液晶化合物を用いたことにより高発光効率が見られる機構は以下のように考えられる。

【 0 0 4 1 】

前記りん光発光過程③の「ホスト分子間の励起エネルギー伝達」に関して考察する。ここで重要なのは、りん光発光に強く寄与する三重項励起子の分子間のエネルギー伝達についてである。三重項励起子は一重項励起子に対して、非常に寿命が長く（ $1 \mu \text{sec}$ 以上）、その寿命の間にエネルギーが分子間で伝播しながらマイグレーションする。このマイグレーションによる伝達が規則的に配列し、且つ、 π 電子共役面が平行にそろった液晶化合物の方が、完全にランダムなアモルファス材料より効率的に分子間相互作用が起こり、エネルギーが伝播しやすい

と考えられる。

【 0 0 4 2 】

一方で、分子間相互作用が強すぎると、励起分子と基底状態分子が会合体（エキシマー）を形成し、それを介してエネルギー失活する。分子間相互作用は、液晶化合物の骨格（例えば、トリフェニレン）のような平面分子間では強いため、この失活過程がエネルギー伝達に致命的であることが懸念されたが、液晶性を持たせることで、エキシマー生成が回避されることが考えられる。その理由としては、液晶化合物の分子構造上特徴的なアルコキシやアルキルなどの長い側鎖の激しい運動により、エキシマー生成が阻害されることが一因と考えられる。

【 0 0 4 3 】

エネルギー伝播が分子間の重なり積分に由来する分子間相互作用に依存することも本発明者等の検討で明らかとなった。それは、液晶化合物の移動度が分子間の重なり積分に依存するため、同じ骨格の液晶化合物を用いた場合、移動度が重なり積分の大きさを反映しているためと考えられる。

【 0 0 4 4 】

例えば、前記一連のトリフェニレン系液晶化合物は下記表 1 に示す特性を有し、面間距離が近づき、面間距離の分布が小さくなることによって、 π 電子重なり積分が増大して、移動度を高めている。

【 0 0 4 5 】

【表 1】

		移動度 (cm^2/Vs)	コア面間距離 (nm)	発光収率比
液晶化合物 2	D_{h_o} 相	1×10^{-2}	0. 3 5 9	1
液晶化合物 3	D_{h_o} 相と D_{h_d} 相の中間	3×10^{-3}	0. 3 6 4	0. 9 2
液晶化合物 4	D_{h_d} 相	7×10^{-4}	0. 3 6 8	0. 8 0

D_{h_o} 相：ディスコチック・ヘキサゴナル・ディスオーダード相

D_{h_d} 相：ディスコチック・ヘキサゴナル・オーダード相

【 0 0 4 6 】

尚、上記表 1 の発光収率比は、後述する本発明の実施例 3 に挙げる素子構成において、用いる液晶化合物を変化させ、単位電流密度当たりの発光強度を見積もり、それらの比を示したものである。移動度に依存して収率が向上していることがわかる。

【 0 0 4 7 】

以上のことから、ホスト分子間のエネルギー伝達には、液晶化合物がアモルファス材料より良い性能を有することがわかった。

【 0 0 4 8 】

次に、りん光発光過程④の「ホストからゲストへの励起エネルギー移動」についても、液晶化合物をホスト材料とすることが有利である。異分子間の励起エネルギー移動に関しては、一重項励起子の移動はフェルスター転移として知られる分子間双極子相互作用による転移であり、比較的離れた分子間でも転移可能な過程である。一方、三重項励起子のエネルギー移動は、上記フェルスター転移はスピン禁制であり、デクスター過程で行われる。デクスター過程は、隣接分子間の電子交換で行われるもので、分子間の重なりに強く依存するものである。どんな化合物のゲスト分子であれ、アモルファス分子がホストとした場合よりも、液晶化合物のような骨格が π 電子平面構造を有する化合物の方が、分子重なりが好ましい。さらに、ゲストの発光中心分子が、先に示した Pt OEP のように平面分子骨格を持つ材料の場合、ホストとの π 電子重なりが大きく有効にエネルギー移動が行われる。

【 0 0 4 9 】

この場合にも、励起子-基底状態の会合体（エキサイプレックス）の生成が懸念されるが、液晶化合物の場合には、以上のような 2 分子会合体は側鎖の影響やその流動性によって作りにくく、有効なエネルギー移動が得られることが確認される。

【 0 0 5 0 】

また、ゲストの発光中心のエネルギー準位が、ホストの影響を受けて変動する効果も無視できない。例えば、ゲスト発光中心分子が Ir (ppy)₃ の場合、

高効率発光には最低三重項励起状態は $^3\text{MLCT}^*$ が望ましいが、 $^3\pi-\pi^*$ となる場合がある。 $^3\text{MLCT}^*$ 状態は、ホストの粘性により変動し、ホストの粘性が低い方が $^3\text{MLCT}^*$ 状態が低い。従って、最低励起状態を望ましい $^3\text{MLCT}^*$ 状態にするためには、アモルファス材料と比較して、流動性があり粘性の低い液晶化合物の方が望ましい。

【 0 0 5 1 】

また、ホスト分子の励起子は、ゲストより長い励起子寿命を持つ必要があり、また、三重項状態を安定に持つ方がよい。例えば、先に挙げたトリフェニレン系液晶化合物の骨格であるトリフェニレンはりん光発光性を有する代表的な化合物であり、比較的長い三重項寿命を持つ。よって、本発明において用いられる液晶化合物としては、りん光発光性を有するものが望ましい。

【 0 0 5 2 】

以上説明したように、液晶化合物はエネルギー伝達・移動に有効な分子間相互作用を与えると同時に、悪影響を与える励起2分子会合体を形成しにくく、りん光発光を促進する効率的な三重項励起エネルギー伝達・移動に適した材料であり、該液晶化合物を用いることで高効率な発光層が形成される。

【 0 0 5 3 】

本発明の発光素子は、上記したように、発光効率が高いため、従来にない高輝度な発光が得られ、或いは、同じ輝度であればより低電圧で 사용할 ことができる。

【 0 0 5 4 】

【実施例】

（実施例 1）

ガラス基板上に70nmの膜厚のITO膜をスパッタリングにより成膜して透明電極を形成し、一方、別のガラス基板上にアルミニウム膜を100nmの厚さで形成し、パターニングして金属電極を形成し、直径が1 μm のシリカビーズを散布して上記透明電極と金属電極とを対向させて貼り合わせ、セルを作製した。

【 0 0 5 5 】

前記したトリフェニレン系液晶化合物である液晶化合物4に、5mol%の濃

度で発光中心である前記 P t O E P をクロロホルム中で混合し、クロロホルムを気化させて液晶組成物を作製した。この液晶組成物を上記セルに 1.3×10^{-2} P a の真空度において、等方相温度である 110°C で注入し、発光素子を構成した。

【 0 0 5 6 】

顕微鏡観察から、上記液晶組成物は昇温過程において、約 70°C から約 98°C まで、 D_{hd} 相を示した。上記発光素子を液晶相温度以下の 30°C と液晶相温度である 70°C に保持して、上記透明電極を陽極にして金属電極との間に 120V の電圧を印加することにより、P t O E P 由来の赤色発光がそれぞれ確認された。移動度の差は電流の増減に反映された。発光収率 = 輝度 / 印加電流値と定義すると、その時の発光収率比は $30^{\circ}\text{C} : 70^{\circ}\text{C} = 1 : 4$ であり、液晶化合物の有効なエネルギー伝達・移動が確認された。

【 0 0 5 7 】

(実施例 2)

液晶化合物として前記液晶化合物 9 を用い、発光中心の P t O E P を I r (p p y)₃ に代えて液晶組成物を調整した以外は実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。本例で用いた液晶組成物は、昇温時に 66°C で S m E 相を、 122°C で S m A 相を、 132°C で等方相 (I s o) に変化した。

【 0 0 5 8 】

本発光素子を液晶相温度以下である 30°C と S m E 相を呈する 70°C で 100V 以上を印加すると、上記 I r (p p y)₃ 由来の緑色発光がそれぞれ確認できた。発光収率比は、 $30^{\circ}\text{C} : 70^{\circ}\text{C}$ で $1 : 2.6$ であり、液晶化合物の有効なエネルギー伝達・移動が確認された。

【 0 0 5 9 】

(実施例 3、比較例 1)

ガラス基板上に 70nm の膜厚の I T O 膜をスパッタリングにより成膜して透明電極を形成し、その上に平均的な真空度である 1.3×10^{-4} P a にして、下記 4 層の有機膜を真空蒸着により積層した。成膜する有機物はモリブデン製の真空蒸着用のボートに約 100mg 程度セットし、抵抗加熱により所望の蒸着速度

で蒸着させた。得られた発光素子の層構成は以下の通りであり、図 3 に示した構成である。

【0060】

陽極：ITO（膜厚：70nm）

有機層

ホール輸送層： α -NPD（膜厚：30nm）

発光層：液晶化合物 4 と $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ とを体積比率 95 : 5 で混合した
液晶組成物（膜厚：30nm）

励起子拡散防止層：BCP（膜厚：30nm）

電子輸送層： Alq_3 （膜厚：30nm）

陰極：AlLi（膜厚：10nm）／Al（膜厚：150nm）

【0061】

上記発光層については、液晶化合物 4 と $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ との成膜スピードを予め決定しておき、その条件で共蒸着させた。陰極としては Li を 1.8mol% 含む Al 合金を 10nm と Al 金属を 150nm 積層した。Li 金属は仕事関数が小さいため、Li を陰極の界面に混入することで電子注入が促進される。

【0062】

このようにして作製した発光素子を上記液晶組成物が液晶相温度となる 70℃ に昇温し、電極間に電圧を印加した。その結果、ITO 電極を陽極とした場合に良導電性を示す整流性が確認された。また、ITO 電極を陽極として +5V 以上の電圧を印加すると、 $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ に由来する緑色発光が確認された。

【0063】

一方、比較例 1 として、液晶化合物 4 を液晶相を持たないヘキサメトキシトリフェニレンに変更して組成物を調整し、アモルファス状態で蒸着させた以外は同じ構成の発光素子を作製した。得られた発光素子の発光収率比は、比較例 1 : 実施例 3 = 1 : 3 であり、良好な発光収率が得られた。

【0064】

（実施例 4）

発光中心を PtOEP から $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ に変更する以外は実施例 1 と同様

にして発光素子を作製した。得られた発光素子を同じ温度（70℃）、電圧（120V）にて発光収率比を測定したところ、実施例1：実施例4＝0.8：1で、収率は本例の方が高かった。しかしながら、視感度を考慮に入れば、実施例1の方が発光量子収率（＝発光分子数／生成励起子個数）が上回っており、平面分子骨格を有する化合物をゲストとして用いた方がより効率的なエネルギー移動が行われることが明らかとなった。

【0065】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によればより発光効率の高い発光素子が提供され、省エネルギーや高輝度が必要な製品への応用が可能である。具体的には、表示装置、照明装置やプリンタの光源、液晶表示装置のバックライトなどが考えられる。表示装置とした場合には、省エネルギーで高視認性、軽量のフラットパネルディスプレイが可能となる。プリンタの光源としては、現在広く用いられているレーザビームプリンタのレーザ光源部を、本発明の発光素子に置き換えることができ、独立にアドレスできる素子をアレイ上に配置し、感光ドラムに所望の露光を行うことで、画像形成することができる。また、本発明の発光素子を用いることで、装置体積を大幅に減少することができ、照明装置やバックライトに関しては、本発明による省エネルギー効果が期待できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

有機EL素子の基本構成を示す断面模式図である。

【図2】

有機EL素子の他の例の構成を示す断面模式図である。

【図3】

有機EL素子の他の例の構成を示す断面模式図である。

【図4】

有機EL素子の他の例の構成を示す断面模式図である。

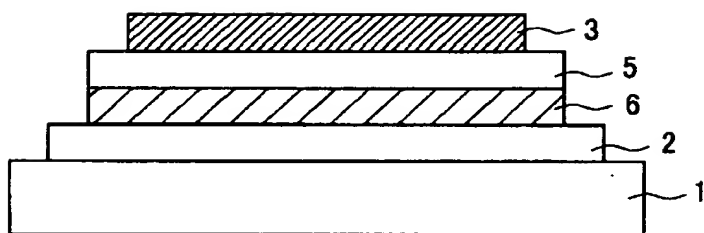
【符号の説明】

- 1 透明基板

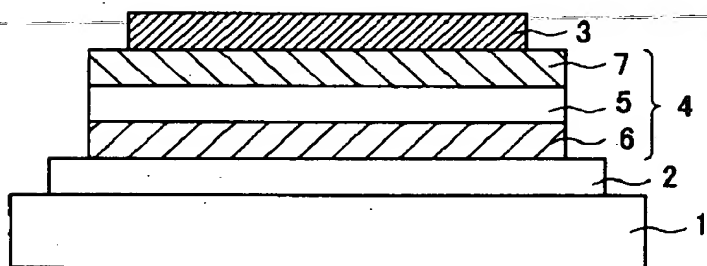
- 2 透明電極
 - 3 金属電極
 - 4 有機層
 - 5 発光層
 - 6 ホール輸送層
 - 7 電子輸送層
 - 8 ホール注入層
 - 9 励起子拡散防止層
-

【書類名】 図面

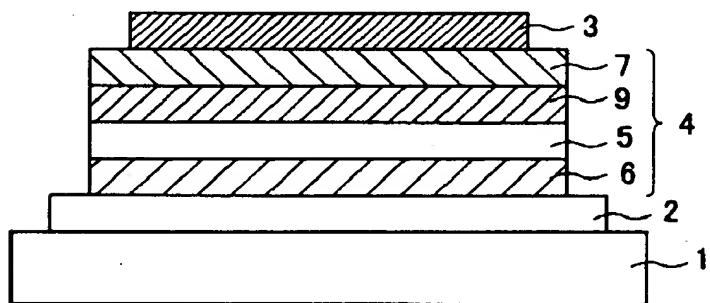
【図 1】



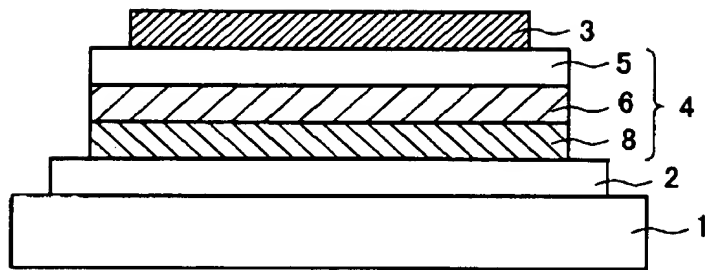
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 より発光効率の高い発光素子を提供する。

【解決手段】 ディスコチック相或いはスメクチック相を示す液晶化合物に平面分子骨格を有するりん光発光性化合物を混合して発光層を形成し、一対の電極で挟持して素子とする。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001007]

1. 変更年月日 1990年 8月30日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
氏 名 キヤノン株式会社
